

(19)



JAPANESE PATENT OFFICE

PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11) Publication number: 06307994 A

(43) Date of publication of application: 04.11.94

(51) Int. Cl

G01N 1/00

G01N 1/10

G01N 33/20

(21) Application number: 05081134

(71) Applicant: SUMITOMO METAL MINING CO LTD

(22) Date of filing: 17.03.93

(72) Inventor: FUJITA TETSUYA

(54) DILUTION EQUIPMENT AND AUTOMATIC SAMPLING SYSTEM FOR HIGH CONCENTRATION LIQUID

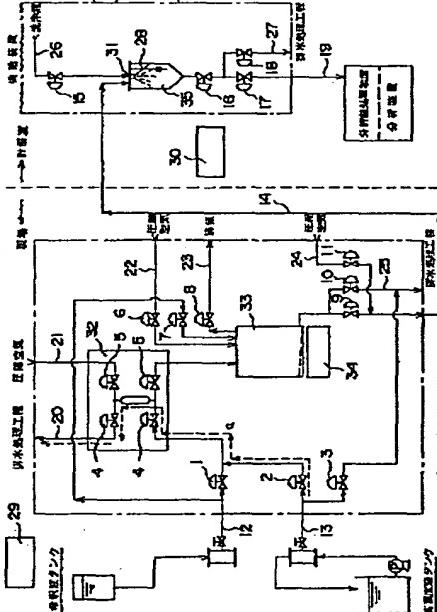
(57) Abstract:

PURPOSE: To sample a high concentration liquid without depositing the metal and to feed the liquid to a remote position while diluting accurately by weighing a high concentration liquid and a diluting liquid using one enclosed vessel and mixing the liquids using one enclosed vessel thereby automating the sampling, diluting, cleaning and carrying operations.

CONSTITUTION: Valves 2, 4 are opened to feed a high concentration liquid to a metric unit 32 and after a tank therein is filled with the liquid, the valves 2, 4 are closed and the liquid is weighed. Subsequently, a valve 5 is opened to inject the high concentration liquid on the compressed air from a piping 21 into a dilution vessel 33. Similarly, a diluting liquid is weighed and injected into the vessel 33. In other words, the liquids are weighed using only one metric unit 32 in order to eliminate metric error and the diluting liquid is fed through same piping thus cleaning the metric unit 32 automatically. Following stirring and dilution are also carried out in one dilution vessel 33 by rotating a stirrer by means of a raster 34. The sample liquid is

then rinses a piping 14 and fed on compressed air into a sampling vessel 35 thence fed to an analyzer by the head pressure. The series of operations are controlled by controllers 29, 30.

COPYRIGHT: (C)1994,JPO



(19)日本国特許庁 (JP)

(12) 公開特許公報(A)

(11)特許出願公開番号

特開平6-307994

(43)公開日 平成6年(1994)11月4日

(51)Int.Cl.  
G 0 1 N 1/00  
1/10  
33/20

識別記号 廷内整理番号  
101 G 7519-2J  
N 7519-2J  
P 7519-2J  
E 7906-2J

F I

技術表示箇所

審査請求 有 請求項の数 2 FD (全 6 頁)

(21)出願番号 特願平5-81134

(71)出願人 000183303

(22)出願日 平成5年(1993)3月17日

住友金属鉱山株式会社

東京都港区新橋5丁目11番3号

(72)発明者 藤田 哲也

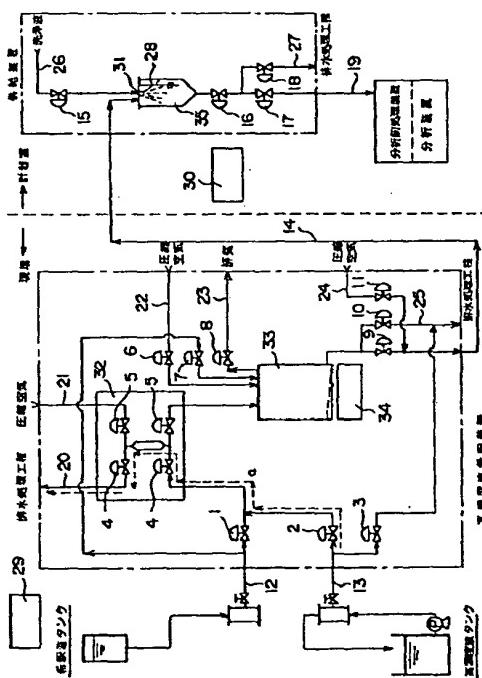
愛媛県新居浜市前田町18-6

(54)【発明の名称】 高濃度液希釈装置及びそれを用いた高濃度液自動サンプリング装置

(57) 【要約】

**【目的】** 金属イオン濃度が高く、結晶が析出しやすい液を希釈する為の装置とそれを用いたサンプリング装置を提案する。

**【構成】** 1個の密閉容器中に計量する機構と、これから送液された液と希釈液とを1個の密閉容器中で希釈し、これを圧縮気体により遠隔の測定装置まで送液する構成である。



(2)

1

**【特許請求の範囲】**

**【請求項1】** 1個の密閉容器中に溶液を採取し、これを圧縮気体にて送液する計量機構と、1個の密閉容器中で攪拌子とスターラーにて該計量機構から送液された溶液を混合し、これを圧縮気体にて送液し、また密閉容器と攪拌子と送液管内を洗浄する機構とからなる希釈機構とを具備することを特徴とする高濃度液希釈装置。

**【請求項2】** 請求項1記載の高濃度液希釈装置と、レベル計とスプレイノズルとを内蔵した密閉構造のサンプル用容器と、該サンプル用容器内部および管路とを洗浄する機構と、分析装置へ送液する機構と、これらを遠隔操作する為の制御装置とを具備することを特徴とする高濃度液自動サンプリング装置。

**【発明の詳細な説明】****【0001】**

**【産業上の利用分野】** 本発明は金属精錬の湿式プロセスにおける成分分析のために使用されるサンプリング装置に関し、特に金属イオン濃度が高くて数分放置すると冷却されて結晶化してスラリー状の液になりサンプリング採取が不可能になるような高濃度液のサンプリング・希釈及び分析装置への連続供給を行なうサンプリング装置に関する。

**【0002】**

**【従来の技術】** 金属精錬の湿式プロセスはほとんどが反応工程であり、反応状態の把握や品質管理のためにプロセス液の成分分析が古くから行なわれている。通常、成分分析は精密さを要求するために分析装置として原子吸光分析装置やICP装置等の高級分析装置が使用される。これら高級分析装置の使用にあたっては、分析精度の確保や装置の管理という点から温湿度調整された環境のよい計器室等に設置し、また供給する液は低濃度にする必要がある。

**【0003】** この成分分析のためのサンプリング手段として作業者が現場に出向きタンク上の開口から杓等を用いて高濃度液を採取し、計器室に持ち帰り手希釈した後分析装置に供給していた。すなわち高濃度液を分析するためには、タンクの上に上がり高濃度液を採取しなければならず作業上危険を伴う。またかなり離れた現場と計器室を行き来しかつ分析装置に供給する前に手希釈を必要とするので作業者の作業量が増え分析回数を一定以上高めることが困難であり、また昼夜連続操業なので複数の人員により手希釈するため希釈誤差が生じる。かつ分析結果を得るまで時間遅れを生じ操業へのフィードバックには時間がかかるといった問題があった。

**【0004】**

**【発明が解決しようとする課題】** 本発明は、金属イオン濃度が高くて結晶が析出しやすい湿式プロセスの工程の液を結晶を析出させることなくサンプリングし、この液を正確に希釈し、これをかなり離れた個所に正確に送液することが可能な希釈装置、及び前記の希釈装置から送

2

液されてきた液を受け入れて、これを分析装置へ送液する装置と、これらの装置を無人で遠隔操作することが可能な制御装置から構成されるサンプリング装置を提案することを目的としている。

**【0005】**

**【課題を解決するための手段】** 本発明の高濃度液希釈装置は、1個の密閉容器中に溶液を採取し、これを圧縮気体にて送液する計量機構と、1個の密閉容器中で攪拌子とスターラーにて該計量機構から送液された溶液を混合し、これを圧縮気体にて送液し、また密閉容器と攪拌子と送液管内を洗浄する機構とからなる希釈機構とを具備する点に特徴がある。

**【0006】** また本発明の高濃度液自動サンプリング装置は、前記の高濃度液希釈装置と、レベル計とスプレイノズルとを内蔵した密閉構造のサンプル用容器と、該サンプル用容器内部および管路とを洗浄する機構と、分析装置へ送液する機構と、これらを遠隔操作する為の制御装置とを具備する点に特徴がある。

**【0007】**

**【作用】** 図1は、本発明の高濃度液自動サンプリング装置を用いた場合の全体の配管系統図を示したものである。図1の中央部に一点鎖線で囲った内部が本発明の高濃度液タンクと分析装置（および分析前処理装置）とを除いた部分が本発明の高濃度液自動サンプリング装置である。図1において縦の点線より左側に示した装置は現場に（高濃度液タンクに近い場所）設置されており、縦の点線より右側に示した装置は計器室に設置されている。また、配管（実線）における矢印は各種溶液の流れる方向を示すものである。

**【0008】** 図1において高濃度液希釈装置は、高濃度液タンク循環ラインに接続された管路13と、希釈液タンクに接続された管路12と、バルブ1、バルブ2を介して各タンクと高濃度液希釈装置とのヘッド圧で送液されて来る高濃度液及び希釈液を計量する計量器32と、計量時流路切替えをするバルブ4、バルブ5と、計量時開放される管路20と、計量後に開放される管路21と、計量された液を希釈する底部が液を排出し易い様に若干傾斜し、管路との接続部以外は密閉構造で、攪拌子（図示せず）を内蔵した希釈容器33と、攪拌希釈に使用するスターラー34とバルブ8を介し、液受入時に大気開放をする管路23と、バルブ9を介して、供給装置に希釈された液を供給するための管路14と、バルブ6を介し、供給時に開放される管路22と、洗浄時開放するバルブ7と、バルブ10を介し、洗浄液を排出する管路25と、サンプル液送液時に使用される管路14を、リンスする時に開放するバルブ11から成る。

**【0009】** 次に、分析装置にサンプル液を供給する装置としては、希釈容器33から送られてくるサンプル液を貯蔵する洗浄用のスプレイノズル31とサンプル液量

(3)

3

を検知するレベル計 2 8 とを内蔵するサンプリング容器 3 5 と、バルブ 1 6、バルブ 1 7 を介し、分析装置へサンプル液を供給する管路 1 9 と、バルブ 1 5 を介し、サンプル容器 3 5 の洗浄を行なう管路 2 6 と、バルブ 1 6、バルブ 1 8 を介し、洗浄液を排出する管路 2 7 とから構成されている。

【0010】又、本発明の高濃度液自動サンプリング装置には各バルブおよび、スターラーの動作を制御する機能を有する、工程管理コンピュータおよびその信号により作動するシーケンサーからなる制御装置 2 9、3 0 を具備している。

【0011】図 2 は計量器 3 2 の構造を詳細に示した図であり、図中の点線および矢印は液および気体の流れる方向を模式的に示したものである。図 2 に示した如く計量器 3 2 は、液又は気体の流入部以外は密閉した構造のタンク部 4 6 と、高濃度液、希釈液又は液体を押し出す為に用いる気体をタンク部 4 6 に導入又は排出するための流体用開孔部 4 1、流体用開孔部 4 2、流体用開孔部 4 4、流体用開孔部 4 5 と、これらの開孔部を通過する流体の流れを制御するダイヤフラム 3 6、ダイヤフラム 3 7、ダイヤフラム 3 8、ダイヤフラム 3 9 と、これらのダイヤフラムの動作用流体を導入又は排出させる流体用開孔部 4 0、流体用開孔部 4 3 から構成されている。

【0012】このように構成された装置において、動作を開始させるとサンプリング・希釈・洗浄・搬送動作が始動する。まずサンプリング動作では、バルブ 2、バルブ 4 を開くと矢印 a の方向に高濃度液を計量器 3 2 に流入させる。計量器 3 2 のタンク部 4 6 が高濃度液で充分置換した後、バルブ 2、バルブ 4 を閉じて、ほぼタンク部 4 6 の体積に等しい一定量の計量が終了する。次いでバルブ 5 を開き管路 2 1 より圧縮空気にて希釈容器 3 3 へと高濃度液を挿入する。高濃度液の計量挿入が終了すると、次に希釈液の計量が高濃度液と同様に、バルブ 1、バルブ 4 を開き、計量が行なわれる。このように計量は、1 個の計量器 3 2 のみにて計量されるため、高濃度液と希釈液の計量誤差が無くなり、また高濃度液を送った後にほぼ同じ管路で希釈液を送るので自動的に洗浄も行なわれるといった効果もある。計量が終了すると、バルブ 1、バルブ 4 を閉じバルブ 5 が開き、管路 2 1 より圧縮空気にて希釈容器 3 3 へ挿入される。次に希釈動作では、希釈容器 3 3 に挿入された高濃度液と、希釈液の搅拌希釈が、スターラー 3 4 により希釈容器 3 3 の内の搅拌子を回転させることによって行なわれる。

【0013】以上のサンプリング、希釈動作が終了すると希釈容器 3 3 内のサンプル液を分析装置に供給するための供給装置に搬送する搬送動作が始動する。搬送動作では、まずバルブ 6、バルブ 9 を短時間開き、リンス液（サンプル液）を約 300 cc 抜出す。抜出したリンス液は、バルブ 1 1 を開き、圧縮空気にて送液し管路 1 4 をリンスする。この時のリンス液は、供給装置のバルブ

4

1-6、バルブ 1 8 を開き排水処理工程へ送られる様になっている。このリンス液の送液終了後、サンプル液の送液が開始される。サンプル液の送液は、バルブ 6、バルブ 9 が開き管路 2 2 より圧縮空気がかけられ、管路 1 4 を通り供給装置のサンプリング容器 3 5 へと送液される。サンプリング容器 3 5 にサンプル液が送液されると、希釈容器 3 3 内の洗浄が開始される。希釈容器内の洗浄は、バルブ 7 を開き洗浄液を受入、スターラー 3 4 の搅拌力によって洗浄される。洗浄後の液は、バルブ 1 0 を開き管路 2 5 を通り排水処理工程へと送液する。一方サンプル液が送液された供給装置は、レベル計 2 8 が働き、分析装置へとバルブ 1 6、バルブ 1 7 が開き、サンプル液をサンプリング容器と分析装置とのヘッド圧により送液することにより供給する。分析装置への供給が終了すると、サンプリング容器 3 5 の洗浄が開始される。サンプリング容器 3 5 の洗浄は、バルブ 1 5 を開き、管路 2 6 より洗浄液を受入、スプレイノズル 3 1 により洗浄液を散布させむらなく自動洗浄される。この時の洗浄液は、分析装置の洗浄液として、バルブ 1 6、バルブ 1 7 を開き、分析装置へと供給される。供給装置の洗浄が終了すると、サンプリング液送液時に使用された、管路 1 4 の洗浄が開始される。管路 1 4 の洗浄はバルブ 7 が開かれ洗浄液を受入、バルブ 6、バルブ 9 が開かれ、管路 2 2 より圧縮空気にて送液される。この時、供給装置はバルブ 1 6、バルブ 1 8 を開き、洗浄液を排水処理工程へと送り出す。

【0014】以上の一連の動作は工程管理コンピュータおよびその信号により作動するシーケンサーからなる制御装置 2 9、制御装置 3 0 で全て自動的に制御されており希望に応じた頻度で繰り返して連続運転ができる。また、分析装置との連絡もされるようになっている。したがって、分析装置によって、希釈装置・供給装置の監視ができるようになっており各装置への動作指示、異常検知が計器室で、できるようになっている。

【0015】計量器 3 2 は液を空気圧送するので、密閉構造で送液後に液が極力残らない構造のものを選定すれば良い。図 2 に示した構造の計量器は送液後の残液量の少ないシンプルな構造であり、かつ流体用開孔部が小径なので細いパイプを接続するのに適したものである。

【0016】希釈装置としてはプロペラを用いた機械搅拌方式も考えられるが、液を空気圧送するのでシール等を確実にしなければならず、プロペラ部等に液が残らない構造、材質を選定しなければならない欠点がある。希釈容器 3 3 は、密閉構造であり、かつ、その底面が 1.5 ° 程度傾斜した構造で搅拌子を内蔵させてスターラーでこれを回転させて、液の空気圧送に適しており、送液後の残液が少ない利点がある。

【0017】希釈容器 3 3 からサンプリング容器 3 5 までは通常数拾メートルの距離があり、ヘッド圧も掛けられない場合が多く、ポンプで送液することも考えられる

(4)

5

が、ポンプの場合は送液後の残液が比較的多い欠点がある。

【0018】液を長距離空気圧送する場合は、長い管路のどこかで液が残る惧れがある。長さ50m、内径2~\*

表1

チューブ 内径(mm)	空気圧 kg/cm <sup>2</sup>	送液量(cc)		
		1回目	2回目	3回目
2	2.0		(圧送できず)	
2	4.5		(圧送できず)	
2	5.0		(圧送できず)	
3	1.5	380	380	380
3	2.0	400	395	397
3	4.5	400	398	400
4	0.7	380	382	382
4	1.0	390	385	385
4	1.5	395	395	395

【0020】表1より、内径3mmのチューブで空気圧2.0~4.5kg/cm<sup>2</sup>の場合、および内径4mmのチューブで空気圧1.5kg/cm<sup>2</sup>の場合がほぼ正確に送液できることが判る。

【0021】高濃度液タンク循環ラインおよび希釀液タンクから計量器32までとサンプリング容器35から分析装置までとはヘッド圧により送液するのであるが、この場合の管は内径2~3mmのテフロンチューブが、液を連続して送れるので適している。

## 【0022】

【実施例】ニッケル230g/l、塩素330g/l、pH=0.8、温度70℃の高濃度液に対して塩酸3.5容量%の希釀液を等量サンプリングして希釀し、これを50m離れた供給装置および分析装置に送液する試験を7日間実施した。

【0023】計量器32は図2の構造のものを用い、タンク部46の寸法は9.5cmφ×70cmで容積が1リットルである。希釀容器33は10cmφ×26cmで容積が2リットルであり、5cmの長さの攪拌子を内蔵させ、スターラー34により100rpmの回転数で回転させて希釀させた。サンプリング容器35は12cmφ×19cmで容積が2リットルである。

【0024】希釀容器33からサンプリング容器35までは内径3mmのテフロンチューブを用い、圧力2.0kg/cm<sup>2</sup>で空気圧送した。高濃度液タンク循環ラインおよび希釀液タンクから計量器32までとサンプリング容器35から分析装置までとは内径2mmのテフロンチューブにて送液した。

【0025】この高濃度液自動サンプリング装置を用い、5回のサンプリングを実施した時の希釀率の値の標準偏差は0.7%であり精度良好希釀が実施できた。

## 【0026】

【発明の効果】以上述べた如く、本発明は、現場に設置

\* 4mmのテフロンチューブで400ccの液を送液した試験結果を表1に示す。

## 【0019】

6

された自動でサンプリング・希釀・洗浄・搬送が可能である希釀装置と、分析装置への自動供給が可能である、供給装置を使用することによって、作業者の介在を必要とせず高濃度液のサンプリング・希釀及び分析装置への供給を行なうことができ、作業者の作業量の軽減及びリアルタイムな成分分析が可能で精度の良い希釀、操作への迅速なフィードバックにきわめて有効な手段である。

## 【図面の簡単な説明】

【図1】本装置の全体の配管系統を示した図である。

【図2】本発明の高濃度液希釀装置の計量器32の構造を示す図である。

## 【符号の説明】

30	1	バルブ
	2	バルブ
	3	バルブ
	4	バルブ
	5	バルブ
	6	バルブ
	7	バルブ
	8	バルブ
	9	バルブ
	10	バルブ
40	11	バルブ
	12	管路
	13	管路
	14	管路
	15	バルブ
	16	バルブ
	17	バルブ
	18	バルブ
	19	管路
	20	管路
50	21	管路

(5)

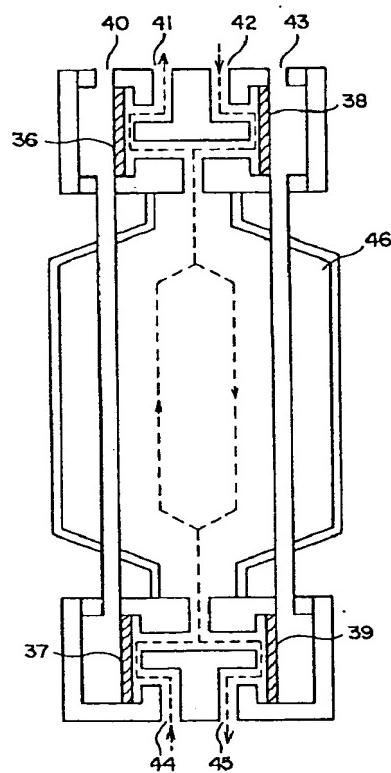
7

- 2 2 管路
- 2 3 管路
- 2 4 管路
- 2 5 管路
- 2 6 管路
- 2 7 管路
- 2 8 レベル計
- 2 9 制御装置
- 3 0 制御装置
- 3 1 スプレイノズル
- 3 2 計量器
- 3 3 希釀容器
- 3 4 スターラー

8

- 3 5 サンプリング容器
- 3 6 ダイヤフラム
- 3 7 ダイヤフラム
- 3 8 ダイヤフラム
- 3 9 ダイヤフラム
- 4 0 流体用開孔部
- 4 1 流体用開孔部
- 4 2 流体用開孔部
- 4 3 流体用開孔部
- 10 4 4 流体用開孔部
- 4 5 流体用開孔部
- 4 6 タンク部

【図2】



(6)

【図1】

